



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁵ : B21D 22/20, 37/18 C10M 103/06		A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 91/03334 (43) Date de publication internationale: 21 mars 1991 (21.03.91)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR90/00643</p> <p>(22) Date de dépôt international: 4 septembre 1990 (04.09.90)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 89/11948 11 septembre 1989 (11.09.89) FR</p> <p>(71) Déposant (<i>pour tous les Etats désignés sauf US</i>): SOLLAC [FR/FR]; Immeuble Elysées-la-Défense, 29, le Parvis, F-92800 Puteaux (FR).</p> <p>(72) Inventeur; et (75) Inventeur/Déposant (<i>US seulement</i>) : KELLER, Jacques [FR/FR]; 6, rue de la Croix Saint-Jacques, F-57190 Florange Cédex (FR).</p> <p>(74) Mandataire: MARTIN, Jean-Paul; Cabinet Lavoix, 2, place d'Estienne d'Orves, F-75441 Paris Cédex 09 (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: AT (brevet européen), AU, BE (brevet européen), BG, BR, CA, CH (brevet européen), DE (brevet européen)*, DK (brevet européen), ES (brevet européen), FI, FR (brevet européen), GB (brevet européen), HU, IT (brevet européen), JP, KR, LU (brevet européen), NL (brevet européen), NO, RO, SE (brevet européen), SU, US.</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale. Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.</i></p>	
<p>(54) Title: PROCESS FOR THE IMPROVEMENT OF THE DEEP-DRAWING PROPERTY OF SHEET METAL OR OF A SHEET METAL BLANK</p> <p>(54) Titre: PROCEDE D'AMELIORATION DE L'EMBOUTISSABILITE D'UNE TOLE OU D'UN FLAN DE TOLE METALLIQUE</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The process is characterised by the fact that, before drawing, a salt of the alkaline metal group formed by Li, Na, and K, and of an anion which is chemically inert with regard to the essential metal of the sheet chosen from among the phosphates is deposited on the drawing tools. To deposit the salt, preferably, a solution of said salt is applied to the tools or to the sheet metal.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>Ce procédé est caractérisé en ce que, avant emboutissage, on dépose sur les outils d'emboutissage ou sur la tôle un sel d'un métal alcalin choisi dans le groupe formé par Li, Na, K et d'un anion chimiquement inerte à l'égard du métal constitutif de la tôle choisi parmi les phosphates. Le dépôt de sel est préférentiellement réalisé par application sur les outils ou sur la tôle d'une solution dudit sel.</p>			

* Voir au verso

DESIGNATIONS DE "DE"

Jusqu'à nouvel avis, toute désignation de "DE" dans toute demande internationale dont la date de dépôt international est antérieure au 3 octobre 1990 a effet dans le territoire de la République fédérale d'Allemagne à l'exception du territoire de l'ancienne République démocratique allemande.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	ES	Espagne	MC	Monaco
AU	Australie	FI	Finlande	MG	Madagascar
BB	Barbade	FR	France	ML	Mali
BE	Belgique	GA	Gabon	MR	Mauritanie
BF	Burkina Fasso	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
BG	Bulgarie	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BJ	Bénin	HU	Hongrie	NO	Norvège
BR	Brésil	IT	Italie	RO	Roumanie
CA	Canada	JP	Japon	SD	Soudan
CF	République Centrafricaine	KP	République populaire démocratique du Corée	SE	Suède
CG	Congo	KR	République de Corée	SN	Sénégal
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SU	Union soviétique
CM	Cameroon	LK	Sri Lanka	TD	Tchad
DE	Allemagne, République fédérale d'	LU	Luxembourg	TG	Togo
DK	Danemark			US	Etats-Unis d'Amérique

**PROCEDE D'AMELIORATION DE L'EMBOUTISSABILITE D'UNE TOLE OU
D'UN FLAN DE TOLE METALLIQUE**

La présente invention concerne un procédé d'amélioration de l'emboutissabilité de tôles ou flans de tôles métalliques notamment en acier et la mise en œuvre de ce procédé soit lors de l'emboutissage, soit préalablement par traitement de la tôle destinée à être emboutie. Elle concerne aussi la tôle ainsi traitée.

Le principe bien connu de l'emboutissage consiste à déformer plastiquement un flan de tôle maintenu à sa périphérie entre une matrice et un serre-flan au moyen d'un poinçon, la matrice et le poinçon ayant une configuration déterminée en fonction de la forme désirée du produit embouti.

Le poinçon, la matrice et le serre-flan qui sont les organes mis au contact du flan lors de l'opération d'emboutissage, seront appelés dans leur ensemble par la suite outils d'emboutissage.

Dans les procédés de mise en forme par déformation plastique, tels que l'emboutissage, le coefficient de frottement tôle-outil joue un rôle important. Il peut limiter la capacité de déformation de la tôle, et conduire à des ruptures du flan s'il est trop élevé.

La lubrification, l'état de surface et la nature des outils sont des paramètres sur lesquels on peut agir pour diminuer le frottement.

Lors de l'emboutissage, la surface de contact de ces outils avec le flan est lubrifiée, généralement par un lubrifiant liquide ou huile d'emboutissage pour faciliter la déformation du flan, réduire le coefficient de frottement entre flan et outils et limiter ainsi les risques de grippage et de rupture du flan.

Toutefois cette lubrification n'est pas toujours suffisante pour éviter le grippage et la rupture du flan de tôle, notamment lorsque la pression d'emboutissage est importante.

Pour résoudre ces problèmes, il a déjà été proposé de réaliser un traitement de surface de la tôle à emboutir. On connaît en particulier des procédés de conversion chimique de la surface de la tôle, tels que la phosphatation, qui permettent d'abaisser le coefficient de frottement tôle-outil et favorisent ainsi la mise

en forme du flan. Un tel traitement est toutefois coûteux, et ne peut être appliqué à toutes les tôles destinées à être embouties.

Un inconvénient de ces procédés réside dans le fait qu'ils provoquent une modification des caractéristiques chimiques d'une 5 couche de métal à la surface de la tôle. Aussi minime soit-elle, cette couche persistant en surface après mise en forme de la pièce peut s'avérer gênante pour l'utilisation de la pièce obtenue. Il peut notamment y avoir incompatibilité entre les caractéristiques de surface obtenues et des traitements chimiques souhaités après 10 mise en forme. D'autres inconvénients quant à l'utilisation des pièces après mise en forme, peuvent aussi être rédhibitoires. Par exemple, la phosphatation des tôles constitue une gêne importante lors du soudage des pièces qui y ont été soumises.

Un autre inconvénient de ces procédés réside dans la lourdeur 15 et le coût des installations industrielles nécessaires pour ces traitements de surface. Une installation de phosphatation de tôles est coûteuse autant par l'importance du matériel constitutif, que par ses forts besoins énergétiques. De plus, les procédés de conversion chimique impliquent une durée minimale de traitement et 20 donc, pour un traitement sur une ligne de fabrication continue, une longueur et un encombrement importants de l'installation de traitement.

D'autres tentatives ont été faites par ailleurs pour améliorer 25 les caractéristiques lubrifiantes des huiles d'emboutissage. Cependant, le risque de grippage subsiste, surtout dans les zones soumises à de fortes pressions, telles que les bords de outils, où la lubrification par de telles huiles peut s'avérer insuffisante.

La présente invention a pour but de résoudre ces différents 30 problèmes et de supprimer les inconvénients précités.

Avec ces objectifs en vue l'invention a pour objet un procédé d'amélioration de l'emboutissabilité de tôles ou flans de tôles métalliques notamment en acier, nu ou revêtu, caractérisé en ce que, avant emboutissage, on dépose sur la tôle, ou sur l'outil 35 d'emboutissage, un sel d'un métal alcalin choisi dans le groupe formé par Li, Na, K, et d'un anion chimiquement inerte à l'égard

du métal constitutif de la tôle, choisi parmi les phosphates.

Selon une première application, le procédé est mis en oeuvre lors de l'emboutissage de flans de tôle métallique, au moyen d'outils d'emboutissage comprenant une matrice, un serre-flan et un 5 poinçon, et le dépôt est réalisé par application sur les outils d'une solution en dit sel.

Selon une variante de l'invention, l'application de ladite solution est faite sur les outils préalablement dégraissés. On peut ensuite procéder au séchage des outils. On peut alors soit 10 huiler les outils par un lubrifiant d'emboutissage, avant de procéder à l'emboutissage du flan, soit emboutir directement le flan de tôle préalablement huilé.

Selon une autre variante, l'application du sel ou de la solution est réalisée sur les outils préalablement huilés.

15 L'application de la solution peut être préférentiellement réalisée par dépôt de gouttes de ladite solution, réparties sur les outils ou localisées dans certaines zones de ceux-ci particulièrement susceptibles de grippage, telles que les surfaces en regard de la matrice et du serre-flan, ou les zones les plus 20 anguleuses des outils.

Grâce à l'invention, les risques de grippage et de rupture du flan peuvent être considérablement réduits, voire supprimés. De plus la pression du serre-flan peut être augmentée sans accroître ce risque, ce qui améliore le confinement des bords du flan entre 25 la matrice et le serre-flan et évite la formation de plis ou ondulations sur ces bords. De plus encore, l'application dudit sel évite, dans le cas où un grippage se produirait quand même au cours d'une opération d'emboutissage, l'adhésion sur les outils des grippures, c'est-à-dire des traces du métal constitutif de la 30 tôle emboutie et arrachée de celle-ci lors de l'éventuel grippage. En conséquence, la pièce emboutie lors de l'opération suivante ne risque pas d'être détériorée par des grippures adhérentes aux outils.

Une explication proposée par les inventeurs à l'amélioration 35 de l'emboutissage observée, est que le sel déposé sur l'outil constitue un agent saponifiant qui provoque par réaction avec

l'huile d'emboutissage un savon, cette réaction se produisant notamment grâce aux conditions de pression et de température créées au niveau des surfaces de contact outil-flan lors de l'emboutissage.

5 Selon une autre application du procédé, le dépôt de sel peut être effectué sur la tôle avant emboutissage, ou même lors de sa fabrication.

L'invention a donc aussi pour objet une tôle métallique caractérisée en ce qu'elle comporte sur au moins une face un film 10 d'un produit saponifiant provoquant la formation d'un savon par réaction avec une huile, cette huile étant du type de celles utilisées communément lors des opérations d'emboutissage. On notera qu'ici et dans la suite de ce mémoire le terme "emboutissage" sera utilisé pour désigner de manière générale tous les procédés de 15 mise en forme par déformation plastique des tôles.

Péférentiellement, ledit produit est un sel d'un métal alcalin choisi dans le groupe formé par Na, K, Li, déposé à la surface de la tôle à raison de plus de 10 milligrammes par m² de surface et moins de 100 mg/m².

20 Péférentiellement encore, ledit sel est un sel d'un anion chimiquement inerte à l'égard du métal constitutif de la tôle choisi parmi les phosphates.

Un autre objet de l'invention est un procédé de réalisation 25 de la tôle ci-dessus, ce procédé étant caractérisé en ce qu'on dépose le sel de métal alcalin par application sur la surface de la tôle d'une solution aqueuse dudit sel puis on sèche la tole ainsi traitée, pour évaporer le solvant.

Péférentiellement cette solution contient de 10 à 100 g dudit sel par litre d'eau.

30 Péférentiellement encore, la solution comprend des ions potassium, phosphate et des ions hydronium, et elle est neutralisée.

L'application de la solution sur la tôle pourra notamment 35 être réalisée par aspersion, immersion ou enduction, la tôle étant séchée immédiatement après application de la solution.

La présente invention, prise dans l'une de ses différentes

dispositions exposées ci-dessus, permet de réduire considérablement la valeur du coefficient de frottement tôle-outil lors de l'emboutissage, et ceci que les tôles soient, préalablement au traitement, nues ou revêtues par exemple zinguées.

5 Par rapport aux tôles précédemment citées, traitées par conversion chimique de leurs surfaces, les tôles selon l'invention se révèlent très économiques. Leur procédé de fabrication permet de réaliser un gain de place appréciable quant à l'installation nécessaire à sa mise en oeuvre.

10 D'autres caractéristiques et avantages apparaîtront dans la description qui va être faite à titre d'exemple d'une part d'essais mettant en oeuvre un procédé conforme à l'invention dans le cas où on dépose ledit sel sur les outils d'emboutissage, d'autre part d'essais comparatifs de tôles traitées selon l'invention et 15 soumises ensuite à emboutissage.

On se reportera aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 est un graphique montrant deux courbes représentatives du coefficient de frottement en fonction de la pression, ces courbes étant établies dans les mêmes conditions opératoires pour des tôles respectivement traitées et non traitées ;

- la figure 2 est un graphique montrant pour différents essais, la variation de pression P de serre-flan provoquant la rupture du flan, en fonction de la quantité Q de sel déposé sur la tôle, exprimée en mg de potassium par m².

25 On va d'abord décrire les essais réalisés en déposant le sel sur les outils d'emboutissage.

Ces essais ont été réalisés avec un outillage classique d'emboutissage sur des flans de tôle nue et de tôle électrozin-guée sur une face.

30 Le dépôt de sel sur les outils a été réalisé par application d'une solution de K₃PO₄, 2H₂O diluée dans de l'eau à des concentrations de 5 à 20 grammes par litre.

Plusieurs essais ont été réalisés, consistant à emboutir plusieurs flans avec le même outillage dans des conditions opératoires différentes, le rapport du diamètre du flan au diamètre du poinçon étant dans tous les cas de 2,1.

Pour chaque essai, on a recherché la force de serre-flan nécessaire pour obtenir la rupture du flan.

Pour chaque nuance de tôle, nue ou revêtue sur une face, les essais suivants ont été réalisés :

- 5 - emboutissage selon le procédé classique, sans application de la solution de K_3PO_4 ,
- emboutissage selon l'invention, avec application de la solution de K_3PO_4 sur le poinçon, la matrice et le serre-flan propres et préalablement dégraissés, et selon deux méthodes, l'une consistant à emboutir le flan sans séchage préalable de l'outil postérieurement à l'application et laissant donc subsister sur les outils un excès d'eau, et l'autre consistant à emboutir le flan après séchage de l'outil,
- 10 - emboutissage selon l'invention, avec application de la solution sur les outils préalablement huilés.
- 15

Les résultats de ces essais sont indiqués dans le tableau ci-dessous, où la force de serre-flan nécessaire pour obtenir la rupture du flan a été indiquée pour chacun des essais précités :

Nuances	Conditions classiques	$K_3PO_4 \cdot 2H_2O$ sur outil propre et dégraissé en excès d'eau	$K_3PO_4 \cdot 2H_2O$ sur outil huilé après séchage	Gain en %
Tôle nue	180 kN	240 kN	240 kN	240 kN 33
Tôle revêtue 1 face Revêtement côté Matrice	120 kN	180 kN	180 kN	180 kN 50

D'autres essais ont également été réalisés pour déterminer la quantité de sel à déposer sur les outils, nécessaire pour obtenir une amélioration notable de l'emboutissabilité par rapport aux procédés classiques.

On peut remarquer que grâce au procédé selon l'invention, la

force de serre-flan à la rupture du flan est augmentée de 33 % dans le cas de l'emboutissage d'un flan de tôle nue, et de 50 % dans le cas de tôle revêtue.

Le procédé selon l'invention permet d'augmenter considérablement la force de serre-flan avant rupture, et donc la latitude de réglage de la presse d'emboutissage. Ainsi grâce au procédé selon l'invention, on peut augmenter la force de serre-flan, sans augmenter le risque de grippage et de rupture, et donc par exemple réaliser en une seule passe des pièces embouties plus profondes que dans les procédés d'emboutissage selon l'art antérieur, ou réduire la formation de plis ou ondulations dans ces pièces.

Les résultats de ces essais sont consignés dans le tableau ci-dessous, qui indique, pour chaque nuance de tôle et dans les deux cas d'emboutissage selon l'invention, avec application de sel sur les outils préalablement dégraissés, la concentration de potassium en milligramme par m² de surface des outils. Dans ces essais, on a déposé sur les outils une quantité constante de solution, en changeant la concentration en potassium de cette solution.

Concentration en potassium en mg/m²

Nuances	sur outil	
	En excès d'eau	Après séchage/ évaporation du surplus d'eau
Tôle nue	350	200
Tôle revêtue	150	100

On peut ainsi constater que dans le cas d'un séchage après application de la solution sur les outils, et donc évaporation de l'eau en excès, la quantité de K₂PO₄, H₂O nécessaire est notablement diminuée par rapport au cas où l'emboutissage est réalisé sans séchage préalable des outils.

Les inventeurs ont par ailleurs constaté lors de ces essais,

que l'emploi d'une solution peu concentrée en potassium et donc, à quantité égale de sel déposé, une plus grande quantité de solution, et donc d'eau, utilisée, retarde l'action du sel et provoque un effet de ventouse entre matrice et serre-flan gênant lors de 5 l'emboutissage.

Il est donc préférable de procéder à un séchage au moins partiel des outils après application de la solution, tant pour réduire la quantité de sel nécessaire, que pour améliorer l'emboutissabilité, ce séchage étant préférentiellement réalisé par de l'air 10 chaud pulsé.

Les inventeurs ont également constaté que l'amélioration de l'emboutissabilité par la mise en oeuvre du procédé selon l'invention est pratiquement immédiate lors de l'emboutissage de tôle revêtue, alors qu'avec les flans de tôle nue, cette amélioration 15 n'apparaît qu'après emboutissage, réalisé avec une pression de serre-flan réduite, de quelques flans.

D'autres essais encore ont permis de déterminer la durabilité de l'effet de l'application du sel sur l'outil. Pour cela, il a été procédé à une application préalable de la solution, puis plusieurs flans ont été successivement emboutis sans renouvellement 20 de l'application, l'emboutissage étant alors réalisé avec une force de serre-flan correspondant à environ la moitié du gain possible déterminé par la première série d'essais (soit environ 210 kN pour la tôle nue). On a pu ainsi emboutir sans rupture de 5 à 6 25 flans de tôle nue et de 10 à 12 flans de tôle revêtue.

En conséquence de ces essais, il s'est révélé préférable, lors d'une campagne d'emboutissage selon le procédé de l'invention, d'employer une solution de forte concentration pour démarrer plus rapidement le processus conduisant à l'amélioration de l'emboutissabilité, et, notamment dans le cas d'emboutissage de tôle nue, de réduire la pression de serre-flan par rapport à la pression recherchée en cours de cette campagne, sur les deux ou trois premiers flans emboutis après l'application initiale de la solution. 30

35 Bien entendu, dans le cas de l'application de la solution sur les outils préalablement dégraissés, cette application ne supprime

pas la nécessité d'une lubrification, celle-ci pouvant être réalisée soit en lubrifiant l'outil après application de la solution, soit en utilisant des flans de tôle préalablement huilés.

On va maintenant décrire des essais réalisés par application 5 de sel sur la tôle, puis emboutissage de flans de la tôle ainsi traitée.

Le procédé selon l'invention a été expérimenté sur des tôles nues et sur des tôles revêtues (zinguées). Les inventeurs ont observé une amélioration plus sensible des caractéristiques d'emboutissage pour les tôles revêtues. 10

Les expériences menées par les inventeurs en laboratoire et sur installations industrielles ont montré que des tôles non traitées sollicitées en emboutissage cassent à une faible pression de serre-flan (40 bars) alors que ces mêmes tôles traitées selon 15 l'invention permettent d'atteindre des pressions de serre-flan de 140 bars avant rupture.

Il en résulte non seulement la possibilité de réaliser des emboutis sous forte pression, mais encore un accroissement important de la latitude d'emboutissage, c'est-à-dire de la fourchette 20 de pression du serre-flan, limitée vers les pressions basses par l'apparition de plis de la forme emboutie, et vers les pressions hautes par la déchirure du flan.

Le tableau ci-dessous illustre les résultats obtenus lors 25 d'essais d'emboutissage d'échantillons obtenus par cinq prélèvements. La moitié des échantillons (A) des prélèvements 1, 2 et 3 ayant été traitée au laboratoire, et les échantillons (B) des prélèvements 4 et 5 traités sur lignes de fabrication industrielle.

Chaque échantillon est un flan de tôle d'acier sur lequel est déposé du phosphate de sodium, en enduisant la surface de la tôle 30 d'une solution aqueuse contenant 60 g de phosphate de sodium par litre, de manière que la quantité de phosphate de sodium soit de 20 mg/m², puis en séchant la tôle, et enfin en la revêtant d'une huile de protection ordinaire.

	Repère	Pression de serre-flan pour laquelle il y a casse (bars)		
		Sans traitement	Avec traitement	
5	1	40	A	> 100
	1	40		> 140
	1	40		> 140
10	2	40		120
	3	40		120
	4	60		160
15	4	60		160
	4	60		180
	5	40	B	140
	5	40		140
	5	40		160

20 D'autres essais ont permis d'obtenir les courbes du graphique de la figure 1 représentant la variation du coefficient de frottement en fonction de la pression. Ces courbes ont été obtenues par mesure sur un tribomètre classique à surfaces parallèles, avec des tôles électrozinguées double face dont le revêtement a une épaisseur de 10 µm.

25 On constate facilement que dans le cas de la tôle traitée, le coefficient de frottement est globalement nettement plus faible que dans le cas de la tôle non traitée.

30 Le graphique de la figure 2 montre le résultat d'autres essais réalisés en faisant varier la quantité Q de sel, ici du phosphate de potassium de formule K_3PO_4 , déposé sur la tôle (sur une seule face), exprimée en mg de potassium par m^2 .

35 On constate que pour des quantités inférieures à environ 5 mg/ m^2 , les valeurs de pression P de serre-flan conduisant à la rupture du flan sont dispersées, avec de nombreux cas de rupture pour des pressions voisines de 40 bars, alors que pour des quanti-

tés supérieures à 5 mg/m², on n'observe aucune rupture jusqu'à 120 bars.

Il est rappelé que dans le cas où le dépôt de sel est réalisé sur la tôle, ou sur le flan, ce traitement ne supprime bien évidemment pas l'obligation de huiler les tôles avant emboutissage, puisque l'amélioration de l'emboutissabilité obtenue grâce à l'invention résulte de la combinaison des produits déposés conformément à l'invention et de l'huile utilisée communément lors de l'opération d'emboutissage.

REVENDICATIONS

- 1) Procédé d'amélioration de l'emboutissabilité de tôles ou flans de tôles métalliques notamment en acier, nu ou revêtu, caractérisé en ce que, avant emboutissage on dépose sur la tôle ou sur les 5 outils d'emboutissage, un sel d'un métal alcalin choisi dans le groupe formé par Li, Na, K et d'un anion chimiquement inerte à l'égard du métal constitutif de la tôle, choisi parmi les phosphates.
- 2) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le 10 dépôt dudit sel est réalisé par application sur lesdits outils d'une solution dudit sel.
- 3) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'application de la solution est localisée dans certaines zones des outils.
- 15 4) Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que le dépôt de sel est réalisé sur les outils préalablement dégaissés.
- 5) Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que on sèche au moins partiellement les outils après application de la 20 solution.
- 6) Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que on huile les outils après application de la solution et/ou séchage.
- 7) Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que on emboutit un flan de tôle préalablement huilé.
- 25 8) Procédé selon l'un des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que l'application de la solution est réalisée sur les outils huilés.
- 9) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que on procède à l'application par dépôt de gouttes de la solution réparties 30 sur les outils.
- 10) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que après une application de la solution, on emboutit plusieurs flans avant de procéder à une nouvelle application.
- 11) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le 35 dépôt dudit sel est effectué sur la tôle, par application à la surface de la tôle d'une solution aqueuse, contenant des ions

potassium, sodium ou lithium, des ions phosphate et des ions hydronium, qu'on laisse ensuite sécher.

12) Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que la solution aqueuse contient de 10 à 100 g/l dudit sel.

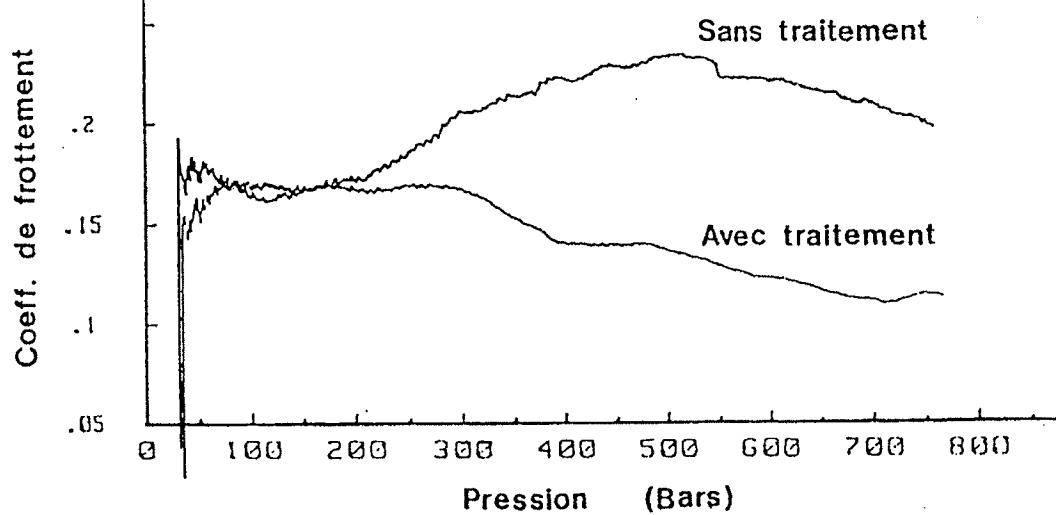
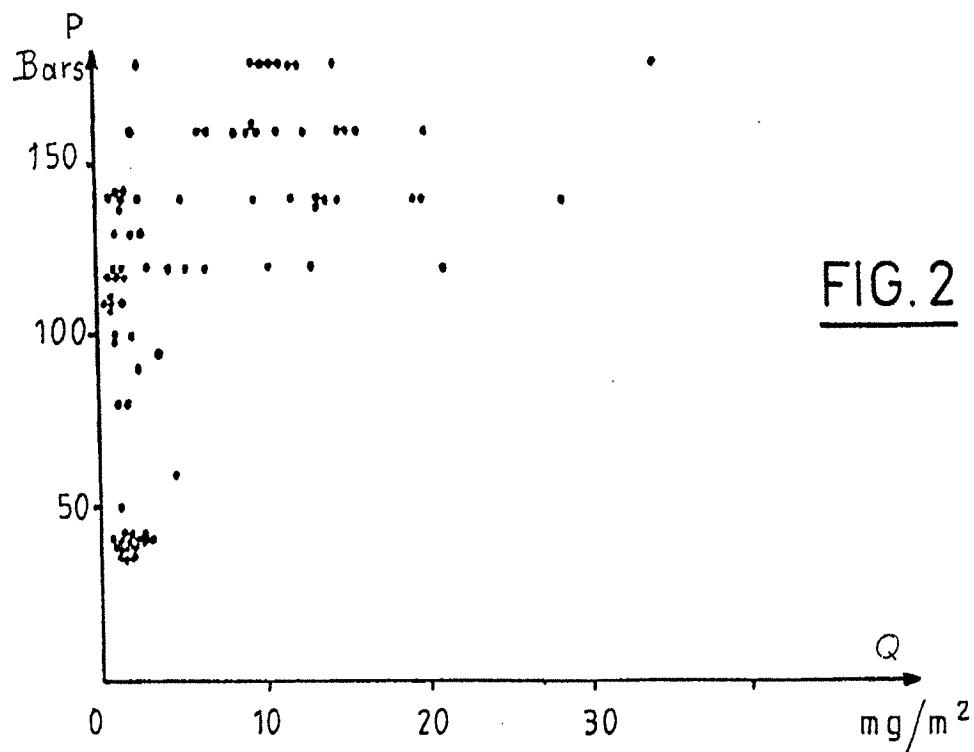
5 13) Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'on sèche la tôle immédiatement après application de la solution.

14) Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'on applique la solution par enduction.

10 15) Tôle métallique, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon l'une des revendications 11 à 14 et en ce que la quantité de sel déposée est supérieure à 10 mg par m² de surface de tôle et inférieure à 100 mg/m².

16) Tôle selon la revendication 15, caractérisé en ce que le sel déposé est du phosphate de potassium de formule K₃PO₄ et la quantité déposée sur la tôle, exprimée en mg de potassium par m², est supérieure à 5.

1/1

FIG.1FIG.2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/FR 90/00643

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all)

According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC

IPC⁵: B 21 D 22/20, B 21 D 37/18, C 10 M 103/06

II. FIELDS SEARCHED

Minimum Documentation Searched

Classification System	Classification Symbols
IPC ⁵	B 21 D, C 10 M
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched	

III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of Document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to Claim No.
Y	US, A, 3390562 (W. RAUSCH) 2 July 1968 see column 1, lines 46-55; column 2 lines 15-37; column 3, line 60 - column 4, line 13 ---	1-16
Y	WO, A, 82/02058 (ROCOL LTD.) 24 June 1982 see pages 2,3,5,6,8 ---	1-16
A	GB, A, 1519057 (PYRENE CHEMICAL SERVICES LTD.) 26 July 1978 see pages 2,3 ---	1-16
A	FR, A, 2282302 (METAL BOX LTD.) 19 March 1976 see pages 2,3,5-7; claims 1-6; figures ---	1,11-16
		. / .

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step
- "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "S" document member of the same patent family

IV. CERTIFICATION

Date of the Actual Completion of the International Search

10 January 1991 (10.01.91)

| Date of Mailing of this International Search Report

29 January 1991 (29.01.91)

International Searching Authority

European Patent Office

| Signature of Authorized Officer

III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT (CONTINUED FROM THE SECOND SHEET)		
Category*	Citation of Document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to Claim No
A	US, A, 3577753 (D.C. SHAH) 4 May 1971 see column 3, lines 15-36; claims 1-3 ----	1,11,15
A	FR, A, 1509033 (CEFILAC) 12 January 1968 see page 2, abstract ----	1-3
A	Chemical Abstracts, Vol. 93, No. 2, July 1980, (Columbus, Ohio, US), see page 149, abstract No. 10611j, & DD, A, 139134 (J. NEUKIRCHNER), 12 December 1979 see abstract ----	1,11,15
A	CH, A, 197926 (LE RÈVE S.A.) 16 September 1938 ----	
A	US, A, 4381064 (N. DAS) 26 April 1983 ----	
A	GB, A, 1552238 (METAL BOX LTD.) 12 September 1979 ----	
A	FR, A, 2286208 (NIPPON STEEL) 23 April 1976 ----	
A	Sheet Metal Industries, Vol. 61, No. 1, January 1984, (London, GB), "Dry film lubrication for forming", see page 38 -----	

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

FR 9000643

SA 40081

This annex lists the parent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 18/01/91. The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US-A- 3390562		BE-A- 659050 CH-A- 441594 FR-A- 1421796 GB-A- 1081026		17-05-65
WO-A- 8202058	24-06-82	AU-A- 7899382 EP-A- 0054399		01-07-82 23-06-82
GB-A- 1519057	26-07-78	AU-B- 497302 AU-A- 8356375 CA-A- 1045005 JP-A- 51042066		07-12-78 03-02-77 26-12-78 09-04-76
FR-A- 2282302	19-03-76	GB-A- 1524675 BE-A- 832530 DE-A- 2535618 NL-A- 7509901 SE-A- 7508668		13-09-78 19-02-76 04-03-76 24-02-76 23-02-76
US-A- 3577753	04-05-71	None		
FR-A- 1509033		None		
CH-A- 197926		None		
US-A- 4381064	26-04-83	US-A- 4285223 EP-A- 0023920 WO-A- 8001652		25-08-81 18-02-81 21-08-80
GB-A- 1552238	12-09-79	None		
FR-A- 2286208	23-04-76	JP-A- 51037071 JP-A, B, C 51037072 AU-A- 8519975 CA-A- 1062560 DE-A, B, C 2542828 GB-A- 1528186 US-A- 4235947		29-03-76 29-03-76 04-11-76 18-09-79 15-04-76 11-10-78 25-11-80

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale N° PCT/FR 90/00643

I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) ⁷		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
CIB ⁵ : B 21 D 22/20, B 21 D 37/18, C 10 M 103/06		
II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTÉ		
Documentation minimale consultée ⁸		
Système de classification	Symboles de classification	
CIB ⁵	B 21 D, C 10 M	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté ⁹		
III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS ¹⁰		
Catégorie [*]	Identification des documents cités, ¹¹ avec indication, si nécessaire, des passages pertinents ¹²	N° des revendications visées ¹³
Y	US, A, 3390562 (W. RAUSCH) 2 juillet 1968 voir colonne 1, lignes 46-55; colonne 2, lignes 15-37; colonne 3, ligne 60 - colonne 4, ligne 13 ---	1-16
Y	WO, A, 82/02058 (ROCOL LTD.) 24 juin 1982 voir pages 2,3,5,6,8 ---	1-16
A	GB, A, 1519057 (PYRENE CHEMICAL SERVICES LTD.) 26 juillet 1978 voir pages 2,3 ---	1-16
A	FR, A, 2282302 (METAL BOX LTD.) 19 mars 1976 voir pages 2,3,5-7; revendications 1-6; figures ---	1,11-16
<ul style="list-style-type: none"> * Catégories spéciales de documents cités:¹¹ «A» document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent «E» document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date «L» document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) «O» document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens «P» document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée <ul style="list-style-type: none"> «T» document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention «X» document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive «Y» document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier. «A» document qui fait partie de la même famille de brevets 		
IV. CERTIFICATION		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
10 janvier 1991	29.01.91	
Administration chargée de la recherche internationale OFFICE EUROPEEN DES BREVETS	Signature du fonctionnaire autorisé  Natalia Weinberg	

III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		(SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDICQUÉS SUR LA DEUXIÈME FEUILLE)
Catégorie *	Identification des documents cités, avec indication, si nécessaire, des passages pertinents	N° des revendications visées
A	US, A, 3577753 (D.C. SHAH) 4 mai 1971 voir colonne 3, lignes 15-36; revendications 1-3 ---	1,11,15
A	FR, A, 1509033 (CEFILAC) 12 janvier 1968 voir page 2, résumé ---	1-3
A	Chemical Abstracts, volume 93, no. 2, juillet 1980, (Columbus, Ohio, US), voir page 149, abrégé no. 10611j, & DD, A, 139134 (J. NEUKIRCHNER), 12 décembre 1979 voir abrégé ---	1,11,15
A	CH, A, 197926 (LE RÊVE S.A.) 16 septembre 1938 ---	
A	US, A, 4381064 (N. DAS) 26 avril 1983 ---	
A	GB, A, 1552238 (METAL BOX LTD.) 12 septembre 1979 ---	
A	FR, A, 2286208 (NIPPON STEEL) 23 avril 1976 ---	
A	Sheet Metal Industries, volume 61, no. 1, janvier 1984, (London, GB), "Dry film lubrication for forming", see page 38 -----	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE
RELATIF A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO.**

FR 9000643
SA 40081

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche internationale visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 18/01/91
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US-A- 3390562		BE-A- 659050 CH-A- 441594 FR-A- 1421796 GB-A- 1081026	17-05-65
WO-A- 8202058	24-06-82	AU-A- 7899382 EP-A- 0054399	01-07-82 23-06-82
GB-A- 1519057	26-07-78	AU-B- 497302 AU-A- 8356375 CA-A- 1045005 JP-A- 51042066	07-12-78 03-02-77 26-12-78 09-04-76
FR-A- 2282302	19-03-76	GB-A- 1524675 BE-A- 832530 DE-A- 2535618 NL-A- 7509901 SE-A- 7508668	13-09-78 19-02-76 04-03-76 24-02-76 23-02-76
US-A- 3577753	04-05-71	Aucun	
FR-A- 1509033		Aucun	
CH-A- 197926		Aucun	
US-A- 4381064	26-04-83	US-A- 4285223 EP-A- 0023920 WO-A- 8001652	25-08-81 18-02-81 21-08-80
GB-A- 1552238	12-09-79	Aucun	
FR-A- 2286208	23-04-76	JP-A- 51037071 JP-A, B, C 51037072 AU-A- 8519975 CA-A- 1062560 DE-A, B, C 2542828 GB-A- 1528186 US-A- 4235947	29-03-76 29-03-76 04-11-76 18-09-79 15-04-76 11-10-78 25-11-80